Agilent G1978A Multimode-Ionenquelle für G1946/G1956 LC/MSD

Einrichtungshandbuch

Agilent Technologies

Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

Handbuch-Teilenummer

G1978-92050

Ausgabe

Erste Ausgabe, Dezember 2008

Gedruckt in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051, USA

Windows®, Windows NT® und MS Windows® sind eingetragene Marken der Microsoft Corporation in den USA.

Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen jederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

Nutzungsbeschränkungen

Wenn Software für den Gebrauch durch die US-Regierung bestimmt ist, wird sie als „kommerzielle Computer-Software“ gemäß der Definition in DFAR 252.227-7014 (Juni 1955), als „kommerzielle Komponente“ gemäß der Definition in FAR 2.101(a), als „nutzungsbeschränkte Computer-Software“ gemäß der Definition in FAR 52.227-19 (Juni 1987) (oder einer vergleichbaren Agentur- oder Vertragsregelung) ausgeliefert und lizensiert. Nutzung, Vervielfältigung oder Weitergabe von Software unterliegt den standardmäßigen Bestimmungen für kommerzielle Lizenzen von Agilent Technologies.

US-Regierung und -Behörden (außer Verteidigungsministerium) erhalten keine Rechte, die über die Rechte an „nutzungsbeschränkter Computer-Software“ gemäß FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) hinausgehen. Zur US-Regierung zählende Benutzer erhalten keine Rechte, die über die Rechte an „nutzungsbeschränkter Computer-Software“ gemäß FAR 52.227-14 (Juni 1987) oder DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995) hinausgehen, soweit in irgendwelchen technischen Daten anwendbar.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

WARNUNG

Ein WARNUNG-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

In diesem Handbuch

In diesem Handbuch wird beschrieben, wie Ihre Nanoelektrospray-Ionenquelle installiert und gewartet wird und wie Sie nach Fehlern suchen und diese beheben.

1 Installation

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie die Multimode-Ionenquelle installiert wird.

2 Verifizierung

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie die Multimode-Ionenquelle verifiziert wird.

3 Methoden

In diesem Kapitel wird der Basisbetrieb und die Wartung der Multimode-Ionenquelle erläutert.

Inhalt

1 Installation 7

Installation 9

Schritt 1. Vorbereitung der Installation 9
Schritt 2. Platinenversionen des Geräts prüfen 11
Schritt 3. Gerät ausschalten 11
Schritt 4. Chips auf elektronischen Platinen ändern (nur CE) 12
Schritt 5. Von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle wechseln 17
Schritt 6. Software mit dem G1978-10002-Patch aktualisieren 17
Schritt 7. Geräteplatinen überprüfen 21
Schritt 8. Leistung der Multimode-Ionenquelle überprüfen 24

Quellen ändern 25

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle 25
So installieren Sie die HV-Steuerungs-PCA 33
So verbinden Sie Multimode-Ionenquellenkabel 37
So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle 41
So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI 44

2 Verifizierung 45

So ermitteln Sie die korrekte Lösungsmittelmischung zum Verifizieren der Leistung 46
So bereiten Sie Proben für die Leistungsbewertung vor 47
So überprüfen Sie den Betrieb der Multimode-Ionenquelle 54
So führen Sie ein automatisches Tuning durch 59
Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts 61

3 Methoden 63

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 64
So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus 66
So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb 68

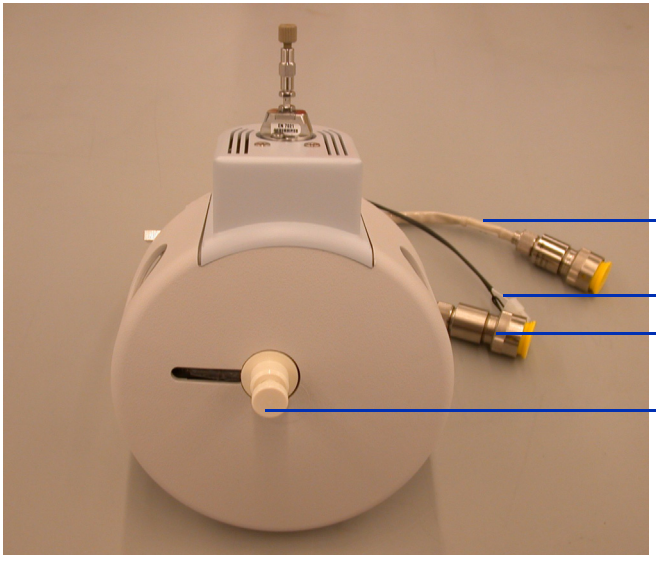
Inhalt

1 Installation

Installation 9
Schritt 1. Vorbereitung der Installation 9
Schritt 2. Platinenversionen des Geräts prüfen 10
Schritt 3. Gerät ausschalten 10
Schritt 4. Chips auf elektronischen Platinen ändern (nur CE) 11
Schritt 5. Von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle wechseln 16
Schritt 6. Software mit dem G1978-10002-Patch aktualisieren 16
Schritt 7. Geräteplatinen überprüfen 19
Schritt 8. Leistung der Multimode-Ionenquelle überprüfen 22
Quellen ändern 23
So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle 23
So installieren Sie die HV-Steuerungs-PCA 30
So verbinden Sie Multimode-Ionenquellenkabel 34
So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle 38
So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI 41

Dieses Kapitel enthält Anleitungen zur Installation der G1978A Multimode-Ionenquelle auf G1946- und G1956 LC/MSD-Geräten. (Die G1978B-Quelle wird von den G1946/G1956-Geräten nicht unterstützt.)

Die Anleitungen in diesem Handbuch gelten für LC/MSD-ChemStation-Version B.01.01 oder B.01.03 mit dem Update-Patch G1978-10002 oder höher. Auf der Patch-Installations-CD befinden sich die Ordner „B.01.01“ und „B.01.03“, die beide die Datei **setup.exe** enthalten. Führen Sie je nach verwendeter ChemStation-Version die entsprechende **setup.exe**-Datei aus.


APCI-Hochspannung
HV-Kabel +/- 2 kV
Verdampferkabel
APCI-Corona-Anschluss

Installation

Dieser Abschnitt enthält Anleitungen zur Installation der G1978A Multimode-Ionenquelle auf dem G1946- oder G1956 LC/MSD-Gerät.

Schritt 1. Vorbereitung der Installation

Prüfen Sie vor der Installation der Multimode-Ionenquelle, ob alle erforderlichen Teile und Werkzeuge vorhanden sind.

1 Stellen Sie sicher, dass folgende Teile verfügbar sind:

- Bundled LC/MSD Multimode ESI/APCI-Quelle (Best.-Nr. G1978A)
- LC/MSD Multimode ESI/APCI-Quelle (Best.-Nr. G1978-65239)
- Multimode-HV-Moduleinheit (Best.-Nr. G1978-60050)
- LCMSD MM ESI/APCI Enablement Kit (Best.-Nr. G1978-60150)
- Firmware Upgrade Kit, MM (Best.-Nr. G1978-60156)
- ChemStation B.01.01 oder B.01.03 oder höher
- Patch (Best.-Nr. G1978-10002) Das Software-Patch ist in G1978A enthalten und wird für B.01.01 und B.01.03 benötigt.

HINWEIS Alle G1946B/C/D- und G1956A/B MSD-Geräte, die installiert wurden, bevor die Multimode-Ionenquelle auf den Markt gebracht wurde, müssen auf ChemStation B.01.01 oder höher aktualisiert werden, damit die Hardware, Firmware, die neuen PID-Werte und das Software-Patch für die Multimode-Ionenquelle installiert werden können.

2 Stellen Sie sicher, dass diese Werkzeuge, Verbrauchsmaterialien und Chemikalien vorhanden sind. Die Artikel in der folgenden Liste sind nicht im Lieferumfang der Multimode-Ionenquelle enthalten.

- Tücher und Handschuhe, sauber, fusselfrei
- Wasser und organische Chemikalien, z. B. Aceton, Methanol, Acetonitril oder Isopropylalkohol, alle HPLC-Grade
- ¼"-Gabelschlüssel offen
- Torx-Schraubendreher T10

Schritt 2. Platinenversionen des Geräts prüfen

Mithilfe der Software können Sie überprüfen, ob die Geräteplatinen aktualisiert wurden.

Analyzer 3-Platine

Führen Sie folgende Schritte aus, um zu prüfen, ob eine Analyzer 3-Platine installiert ist.

1 Geben Sie in der Ansicht „Method and Run Control“ (Methoden- und Laufsteuerung) in der Befehlszeile Folgendes ein:

- `pat$=nvrAnRev$()`

2 Geben Sie in der Befehlszeile Folgendes ein:

- **`Print pat$`**

Die Bestellnummer der Analyzer-Platine wird auf der Meldungszeile ausgegeben. Wenn die Bestellnummer ***G1946-60250*** **lautet,** handelt es sich bei der installierten Platine um eine Analyzer 3-Platine. Wenn eine andere Bestellnummer ausgegeben wird, müssen Sie ein Upgrade auf die Analyzer 3-Platine durchführen.

Stromverteilerplatine (Power Distribution Board, PDB)

Die G1956A/B- und G1946B/C/D-Systeme verfügen bereits über die richtige Stromverteilerplatine (Best.-Nr. G1946-60002).

Schritt 3. Gerät ausschalten

- Befolgen Sie die Anleitungen zum korrekten Ausschalten des Geräts.

HINWEIS

Schalten Sie das Gerät vollständig aus, wenn es nicht Teil einer gebündelten Installation ist. Dies gilt für G1946B/C/D- und Prä-Multimode-G1956A/B-Geräte. Diese Geräte gelten als Erweiterungen zur Verwendung mit der G1978A-Quelle.

Schritt 4. Chips auf elektronischen Platinen ändern (nur CE)

Der Main PLCC Firmware-Chip U129 auf der Analyzer 3-PCA muss zwecks Quellen-Identifizierung ersetzt werden (neu, Best.-Nr. G1978-80067). Zwei Chips auf der Stromverteilerplatine U6 (neu, Best.-Nr. G1978-80100), Programmed ROM MM LON und U18 Chip EPROM (neu, Best.-Nr. G1978-80200), werden ebenfalls ersetzt. Diese Schritte müssen bei der erstmaligen Installation der Multimode-Ionenquelle durchgeführt werden.

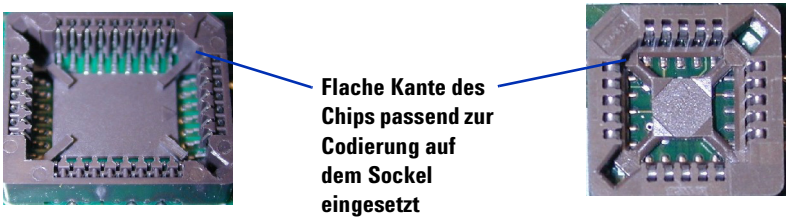


Abbildung 1 Sockel mit Codierung für Chips U6 und U18 auf der Stromverteilerplatine (links) und Sockel mit Codierung für Chip U129 auf der Analyzer 3-Platine (rechts). Beachten Sie, dass sich die Codierung in der oberen linken Ecke der Analyzer- und in der oberen rechten Ecke der Stromverteilerplatine befindet.

VORSICHT Stellen Sie sicher, dass die flache Kante des Chips an der flachen Kante der Codierung auf dem Sockel ausgerichtet ist. Ein nicht ordnungsgemäßes Einsetzen kann beim Einschalten der Stromversorgung zur Beschädigung des Chips führen. Die Codierung auf dem Sockel für die Stromverteilerplatine unterscheidet sich von der Codierung auf dem Sockel der Analyzer-Platine.

Sie müssen die Stromverteilerplatine nicht ganz aus dem Gerät entfernen, wenn Sie Chips ersetzen. Sie können auf diese Weise jedoch verhindern, dass Chips und Werkzeuge in das Gerät hineinfallen.

VORSICHT Die folgenden Schritte sind nur von einem von Agilent ausgebildeten CE auszuführen. Der Chip kann während des Einschaltvorgangs beschädigt werden, wenn diese Schritte nicht ordnungsgemäß ausgeführt werden.

1 Vergewissern Sie sich, dass das Gerät ausgeschaltet ist. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Benutzerhandbuch.

2 Entfernen Sie die Analyzer 3 PCA-Platine aus der Wannenbaugruppe.

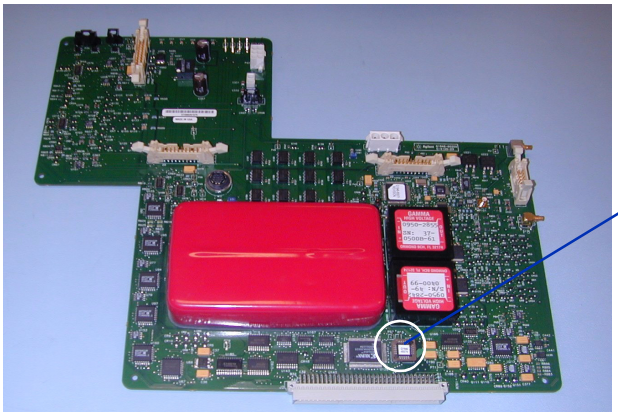


Abbildung 2 Analyzer 3 PCA-Platine (Best.-Nr. G1946-65250)

3 Ziehen Sie den Chip mithilfe des mitgelieferten Chip-Ausbau-Werkzeuges heraus.

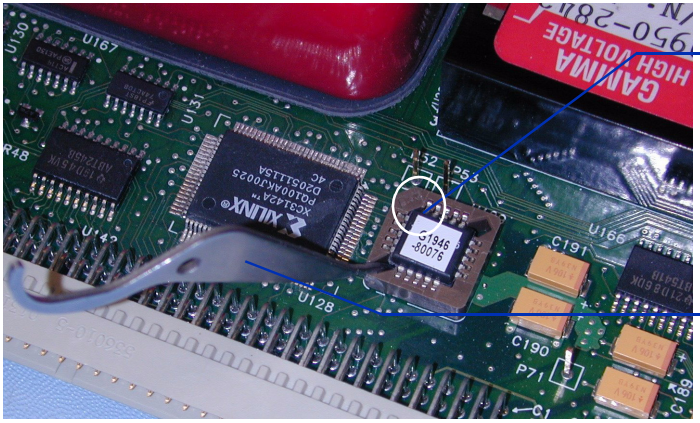


Abbildung 3 Chip-Ausbau-Werkzeug und Analyzer 3 PCA-Platine (Best.-Nr. G1946-65250), Codierung in der oberen linken Ecke.

VORSICHT Seien Sie beim Gebrauch des Chip-Ausbau-Werkzeuges zum Entfernen des Chips vorsichtig. Das Werkzeug könnte zu weit eingeführt werden und bei übermäßigem Druck den Sockel beschädigen.

4 Ersetzen Sie den PLD-Chip auf der Analyzer 3 PCA-Platine durch den Chip, der mit der Multimode-Ionenquelle mitgeliefert wurde.

5 Während die Analyzer-Platine noch entfernt ist, installieren Sie das 10 MΩ ACPI-Hochspannungskabel. Siehe Abbildung 4.

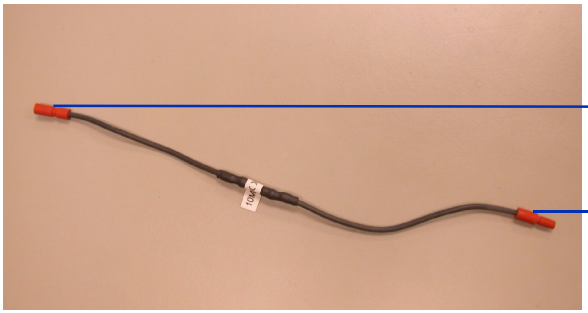


Abbildung 4 10 MΩ ACPI-Hochspannungskabel (Best.-Nr. G1978-60806). Stellen Sie in den nächsten Schritten sicher, dass die entsprechenden Kabelenden an die APCI-Stromversorgung und das APCI-Kabel angeschlossen sind.

6 Trennen Sie das APCI-Hochspannungskabel von der APCI-Stromversorgung. Siehe Abbildung 5.

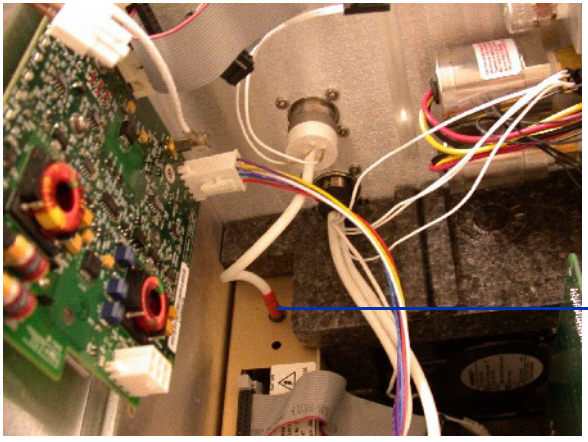


Abbildung 5 Das APCI-Hochspannungskabel trennen.

7 Installieren Sie das 10 MΩ-Kabel in Serie mit dem APCI-Hochspannungskabel und schließen Sie es wieder an die APCI-Stromversorgung an. Siehe Abbildung 6.

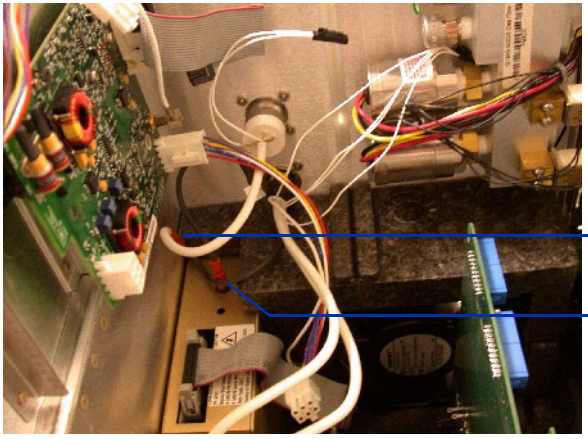


Abbildung 6 10 MΩ -Hochspannungskabel an das APIC-Hochspannungskabel und die APCI-Stromversorgung angeschlossen.

8 Entfernen Sie die Stromverteilerplatine aus dem Gerät, wenn Sie den Chip ersetzen, um zu verhindern, dass der Chip oder das Werkzeug in das Gerät fällt.

HINWEIS Die beiden Chips können auf der Stromverteilerplatine ersetzt werden, ohne diese aus dem Gerät zu entfernen. Dabei müssen Sie jedoch darauf achten, dass weder Werkzeug noch Chip in das Gerät hineinfallen.

9 Verwenden Sie das Chip-Ausbau-Werkzeug, um den U6- und den U18-Chip von der Stromverteilerplatine zu entfernen. Siehe Abbildung 7 bis Abbildung 9.

VORSICHT Stellen Sie sicher, dass die flache Kante des Chips an der flachen Kante der Codierung auf dem Sockel ausgerichtet ist. Ein nicht ordnungsgemäßes Einsetzen kann beim Einschalten der Stromversorgung zur Beschädigung des Chips führen.

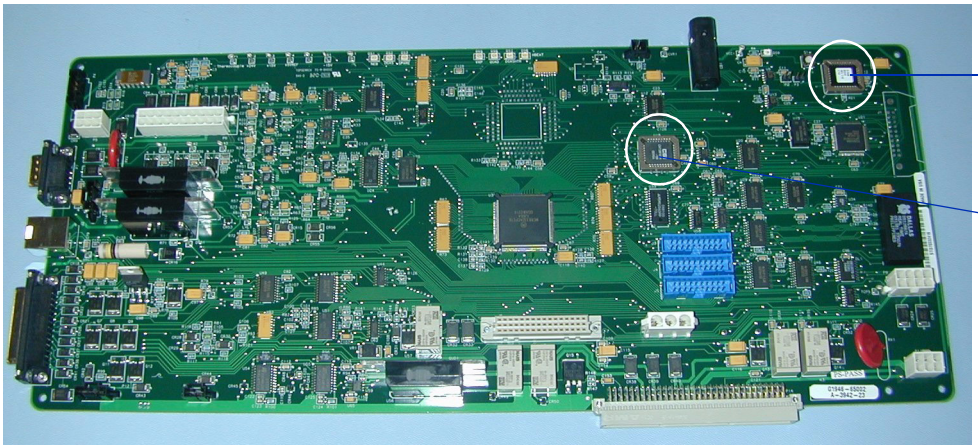


Abbildung 7 Auf der Stromverteilerplatine (Best.-Nr. G1946-65002) müssen zwei Chips ersetzt werden.

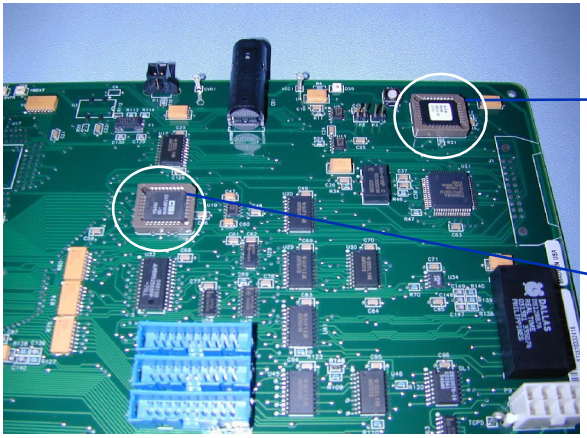

Flache Kante des Chips passend zur Codierung in der oberen rechten Ecke des Sockels U6 eingesetzt (Best.-Nr. G1978-80100)
Flache Kante des Chips passend zur Codierung in der oberen rechten Ecke des Sockels U18 eingesetzt (Best.-Nr. G1978-80200)

Abbildung 8 Zwei Chips, die auf der Stromverteilerplatine ersetzt werden sollen (Best.-Nr. G1946-65002), Codierung in der oberen rechten Ecke des Sockels.

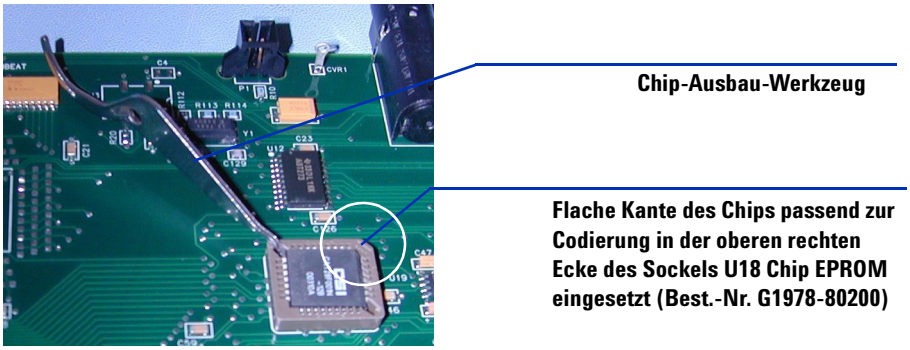

Chip-Ausbau-Werkzeug
Flache Kante des Chips passend zur Codierung in der oberen rechten Ecke des Sockels U18 Chip EPROM eingesetzt (Best.-Nr. G1978-80200)

Abbildung 9 Flache Kante des Chips passend zur Codierung in der oberen rechten Ecke des Sockels eingesetzt

10 Ersetzen Sie die zwei Chips auf der Stromverteilerplatine.

Sie können sich vergewissern, dass die Chips auf beiden Platinen ersetzt wurden, indem Sie die unter „Schritt 7. Geräteplatinen überprüfen“ auf Seite 19 beschriebenen Schritte ausführen.

Schritt 5. Von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle wechseln

- Führen Sie die unter „So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle“ auf Seite 23 beschriebenen Schritte aus.

Schritt 6. Software mit dem G1978-10002-Patch aktualisieren

Sie müssen diesen Patch installieren, wenn Sie ChemStation B.01.01 oder B.01.03 verwenden. Falls Sie ChemStation B.03.1 oder höher verwenden, überspringen Sie diesen Schritt.

1. Legen Sie die G1978-10002-Update-CD in das CD-Laufwerk ein.
2. Öffnen Sie den Ordner **B.01.01** bzw. **B.01.03** (je nach ChemStation-Version) und klicken Sie auf **setup.exe**.

Die Dateien, die durch diesen Patches ersetzt werden, werden gesichert, damit der Software-Patch deinstalliert werden kann.

3 Klicken Sie auf dem „Willkommen“-Bildschirm auf **Next** (Weiter).

4 Klicken Sie auf **Yes** (Ja), um die Software-Lizenzvereinbarung zu akzeptieren.

5 Klicken Sie im „Readme“-Bildschirm auf **Next** (Weiter).

6 Klicken Sie im Dialogfeld „Start Copying Files“ (Kopieren von Dateien), in dem Sie Ihre Auswahl ändern können, auf **Next** (Weiter).

HINWEIS Sie können das Installationsverzeichnis nicht wählen, da Sie einen Patch für die aktuelle ChemStation-Software installieren.

7 Klicken Sie auf **Yes** (Ja), um die MS-Firmware zu aktualisieren.

WARNUNG **Unterbrechen Sie diesen Aktualisierungsvorgang nicht. Starten Sie während dieses Vorgangs nicht die MS ChemStation-Software und unterbrechen Sie nicht die Stromversorgung des Geräts. Wenn dieser Vorgang unterbrochen wird, wird das Gerät beschädigt.**

8 Geben Sie die IP-Adresse des Geräts und das Wort `yes` ein. Siehe Abbildung 10.

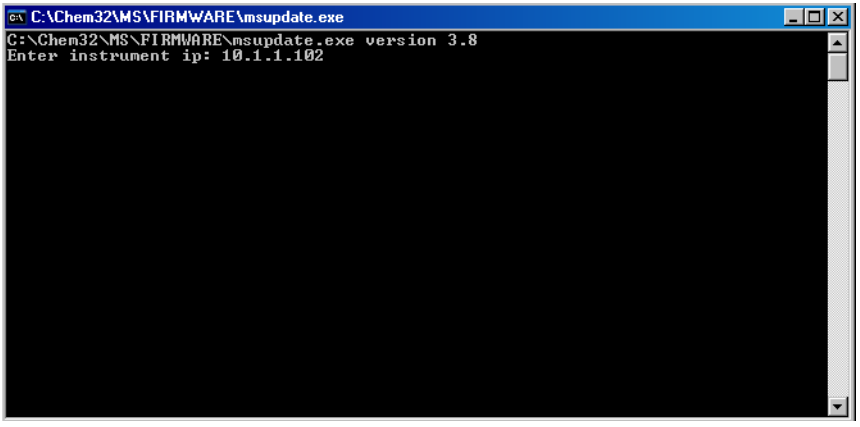


Abbildung 10 MSUpdate-Programm

9 Wenn Sie gefragt werden, ob Sie mit der Hardwareaktualisierung fortfahren möchten, geben Sie „**Y**“ ein. Siehe Abbildung 11.

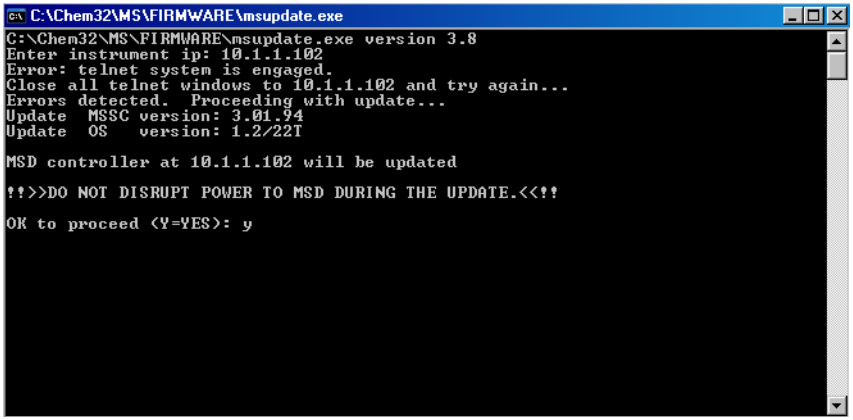
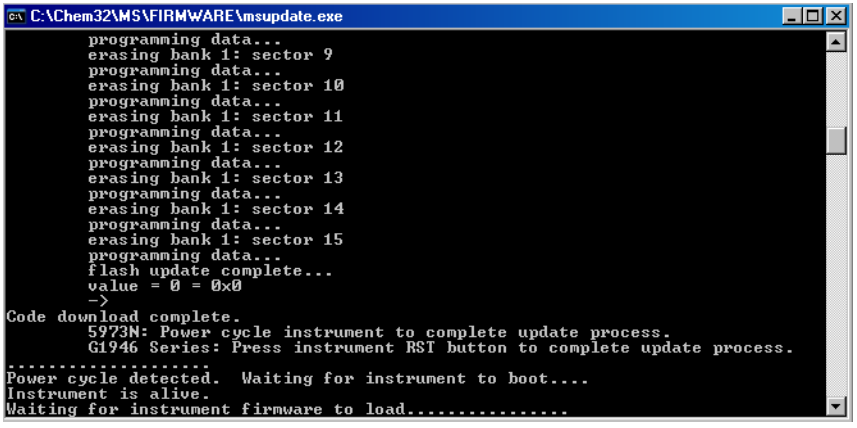

C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe
C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe version 3.8
Enter instrument ip: 10.1.1.102
Error: telnet system is engaged.
Close all telnet windows to 10.1.1.102 and try again...
Errors detected. Proceeding with update...
Update MSSC version: 3.01.94
Update OS version: 1.2/22T
MSD controller at 10.1.1.102 will be updated
!!>>DO NOT DISRUPT POWER TO MSD DURING THE UPDATE.<<!!
OK to proceed (Y=YES): y

Abbildung 11 MSD-Firmware aktualisieren

10 Wenn Sie dazu aufgefordert werden, drücken Sie RST auf dem Gerät, um den Aktualisierungsvorgang abzuschließen.

11 Zwei weitere Meldungen werden im Befehlsfenster angezeigt.


C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe
programming data...
erasing bank 1: sector 9
programming data...
erasing bank 1: sector 10
programming data...
erasing bank 1: sector 11
programming data...
erasing bank 1: sector 12
programming data...
erasing bank 1: sector 13
programming data...
erasing bank 1: sector 14
programming data...
erasing bank 1: sector 15
programming data...
flash update complete...
value = 0 = 0x0
->
Code download complete.
5973N: Power cycle instrument to complete update process.
G1946 Series: Press instrument RST button to complete update process.
Power cycle detected. Waiting for instrument to boot....
Instrument is alive.
Waiting for instrument firmware to load.....

WARNUNG

Unterbrechen Sie diesen Aktualisierungsvorgang nicht. Starten Sie während dieses Vorgangs nicht die MS ChemStation-Software und unterbrechen Sie nicht die Stromversorgung des Geräts. Sie können das ChemStation-Programm starten, sobald das MSUpdate-Fenster nicht mehr angezeigt wird.

Die Aktualisierung des Geräts ist abgeschlossen, sobald das Befehlsfenster nicht mehr angezeigt wird.

Schritt 7. Geräteplatinen überprüfen

So stellen Sie sicher, dass die neuen PID-Werte geändert wurden

1 Starten Sie ChemStation. **pid2.mac** ändert die PID-Werte automatisch, wenn ChemStation gestartet wird.

2 Geben Sie in der Befehlszeile der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) Folgendes ein:

- `MSZONEPID 7`

Folgende Informationen werden in der Hinweiszeile angezeigt:

P = 2500

I = 1

D = 0

I_D = 1

So validieren Sie die Änderungen der Chips auf den Analyzer 3- und Stromverteilerplatinen

Führen Sie die folgenden Schritte aus, um sicherzustellen, dass die Chips auf der Analyzer 3-Platine (Best.-Nr. G1946-65250) und der Stromverteilerplatine (Best.-Nr. G1946-65002) für die Unterstützung der Multimode-Ionenquelle aktualisiert wurden. Falls entweder die ChemStation-Version B.01.01 oder B01.03 mit der G1978-10002 Multimode-Update-Software-CD geladen wurde, wird das Makro **mstnnvr.mac** aktualisiert und es werden mehr Informationen zurückgegeben.

1 Geben Sie in der Befehlszeile der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) Folgendes ein:

```
mmcheck = MMBoardUpdate()
```

2 Geben Sie den folgenden Befehl in der Befehlszeile ein und drücken Sie die **Eingabetaste**.

```
Print mmcheck
```

Beide Platinen wurden aktualisiert, wenn die Variable ***mmcheck*** den Wert 0 aufweist.

Hat die Variable ***mmcheck*** den Wert 1, wurde eine Platine nicht aktualisiert.

Hat die Variable ***mmcheck*** den Wert 2, wurde keine der beiden Platinen aktualisiert.

3 So validieren Sie alle Firmware-Chip-Versionen:

- Geben Sie `readnvr` ein und drücken Sie die **Eingabetaste**.
- Geben Sie `shownvr` oder `printnvr` ein und drücken Sie die **Eingabetaste**.

  Der folgende Bericht (MSDNVRAM.TXT) zeigt, dass die richtige Firmware geladen wurde. Überprüfen Sie die nachfolgenden fettgedruckten Angaben, um die Revisionsnummern zu validieren:

```
G1946 LC/MSD Instrument Configuration
    9:46:07 AM    7/14/2005
    ------------------------------------------------------------------------------
    Instrument Name                 : Instrument 1
    Serial Number                   : MS1202
    Product Number                  : product1                          Exp in G1946
    Mfg Date                        : 04/01/96                          Exp <> 04/01/96
    Quad Serial Number              : quad56                            Exp <> quad56
    MS Inject Valve Present         : 1
    ------------------------------------------------------------------------------
    ChemStation Rev                 : Rev. B.01.01 [164] oder B.01.03 [203]
    SmartCard Rev                   : 3.02.01
    Analyzer Board FW Rev           : G1946-60250MM
    PDB HW Rev                      : PPHA.01.00
    PDB FW Rev                      : PRS2.03.00                        Exp = PRS2.02.00
    PDB 68332 FW Rev                : 1.63                              Exp = 1.58
    SICB-LON HW Rev                 : PRH1.00.01
    SICB-LON FW Rev                 : PRS1.01.01
    IO Board FW Rev                 : 6.2; 6.3
    Turbo Pump Ctrl HW Rev          : TURB1.0.00
    Turbo Pump Ctrl FW Rev          : PRSW1.1.02
    Convect. Gauge HW Rev           : 011411-102
    Convect. Gauge FW Rev           : PP11520109
    Ion Gauge HW Rev                : 0115-27103
    Ion Gauge FW Rev                : PR11616115
    Log Amp ID                      : LOG01,CAL
    ------------------------------------------------------------------------------
    Quad Frequency                  : 1001200.0010
    Pos Ion Quad Polarity           : 0
    Neg Ion Quad Polarity           : 1
    ------------------------------------------------------------------------------
    Stdby Quad Temp                 : 100
    Stdby Drying Gas Temp           : 300
```

```
Stdby Drying Gas Flow             : 3.000
Stdby Nebulizer Press             : 20.0
Stdby Vaporizer Temp              : 325
-------------------------------------------------------------------------------
Quad Temp PIDs                    : P=3000;I=0;D=0;ID=1
Drying Gas Temp PIDs              : P=165;I=2;D=1024;ID=1
Vaporizer Temp PIDs               : P=2500;I=1;D=0;ID=1        Exp = P=512;I=2;D=0;ID=1
Drying Gas Flow PIDs              : P=10;I=1;D=10;ID=1         Exp = P=10;I=1;D=1;ID=1
Nebulizer Pres PIDs               : P=10;I=1;D=10;ID=1
-------------------------------------------------------------------------------
Quad Temp Timeout                 : 88.8
Drying Gas Temp Timeout           : 12.3
Vaporizer Temp Timeout            : 1.6                         Exp = 4.4
Drying Gas Flow Timeout           : 13.7
Nebulizer Pres Timeout            : 13.7
-------------------------------------------------------------------------------
CDS Leak Sensor Calibration       : 0                           Exp <> 0
CDS On Purge Time                 : 30
CDS Off Purge Time 1              : 75
CDS Off Purge Time 2              : 60
CDS On Delay                      : 30
-------------------------------------------------------------------------------
Mass Axis Lag D Coeff 0           : -0.0274494
Mass Axis Lag D Coeff 1           : 0.000127939
Mass Axis Lag D Coeff 2           : 2.65427e-09
-------------------------------------------------------------------------------
Std EMV                           :-------------------------------------------------
EMV Gain Coeff 0                  : 8.202345
EMV Gain Coeff 1                  : -59.097311
EMV Gain Coeff 2                  : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Default Analog Out                : 0
Default Fraction Collection Relay : 0
Default Aux Relay                 : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Polarity Switching Delay          : 200
Signal Switching Delay            : 0
-------------------------------------------------------------------------------
EMF limit: Calibrant A hrs        : 0
EMF limit: Calibrant B hrs        : 0
EMF limit: Pump Oil hrs           : 0
EMF limit: Gas Conditioner hrs    : 0
EMF limit: Ion Optics hrs         : 0
EMF limit: SSV Cycles             : 0
EMF limit: EM Current             : 0
-------------------------------------------------------------------------------
Last Backup Date                  : 5/5/2005 3:38:05 PM
Last Restore Date                 :
NVR Macro Revision                : 1.14
```

Schritt 8. Leistung der Multimode-Ionenquelle überprüfen

Überprüfen Sie die Systemleistung, bevor Sie Ihr System verwenden.

1 Starten Sie die ChemStation-Software.

2 Führen Sie die unter „So führen Sie ein automatisches Tuning durch“ auf Seite 58 beschriebenen Schritte aus.

3 Konditionieren Sie das Gerät. Weitere Informationen hierzu finden Sie im Multimode-*Wartungshandbuch*.

4 Führen Sie die unter „So bereiten Sie Proben für die Leistungsbewertung vor“ auf Seite 47 beschriebenen Schritte aus.

HINWEIS Diese Verifizierungsmethoden werden nur zum Überprüfen der Empfindlichkeit der mit einer Multimode-Ionenquelle mitgelieferten Geräte verwendet.

5 Führen Sie die unter „So überprüfen Sie den Betrieb der Multimode-Ionenquelle“ auf Seite 53 beschriebenen Schritte aus.

Quellen ändern

In diesem Abschnitt werden die Aufgaben beschrieben, die Sie zum Ändern der Quelle auf Ihrem Gerät durchführen müssen.

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle

VORSICHT Führen Sie die unter „Installation“ auf Seite 7 beschriebenen Schritte aus, wenn Sie diese Quelle zum ersten Mal auf diesem Gerät installieren.

1. Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning).
2. Wählen Sie **Instrument/Set Spray Chamber** (Gerät, Sprühkammer festlegen) und stellen Sie alle Gasflüsse und Temperaturen auf 0.
   - Trockengas (L/min)
   - Zerstäuberdruck (psig)
   - Trockengastemperatur (°C)
   - Verdampfungstemperatur (nur APCI-Quelle)
   - Lampe aus (nur APPI-Quelle)
3. Warten Sie, bis die Quelle abgekühlt ist (bzw. bis die Temperatur mindestens unter 100 °C ist).
4. Ziehen Sie die Zerstäubergasschläuche von der aktuell installierten Ionenquelle ab.
5. Ziehen Sie die LC/MSD-Probeneinlassschläuche ab.
6. Wenn die APCI- oder APPI-Quelle installiert ist, entfernen Sie das Heizungskabel des APCI-Verdampfers und das APCI-Hochspannungskabel.
7. Wenn die APPI-Quelle installiert ist, entfernen Sie das RS-232-Kabel des seriellen B-Anschlusses.
8. Entfernen Sie die aktuell installierte Quelle.

9 Schrauben Sie die Sprühabschirmung ab und entfernen Sie sie. Siehe Abbildung 12.

WARNUNG **Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.**

WARNUNG **Führen Sie weder Ihre Finger noch Werkzeuge durch die Öffnungen der Multimode-Kammer. Bei Verwendung weisen die Kapillaren und die Kapillarkappe Hochspannungen bis zu 4 kV auf.**

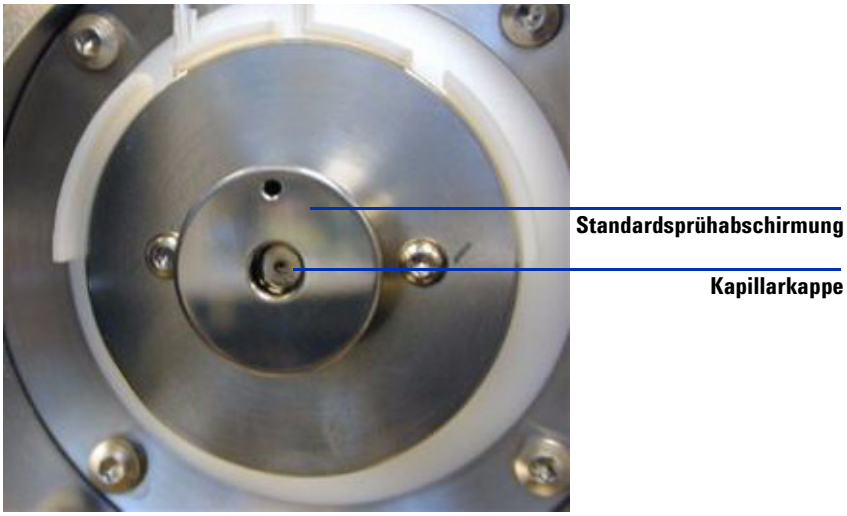


Abbildung 12 Standardsprühabschirmung und Kapillarkappe für ESI oder APCI

10 Entfernen Sie die Kapillarkappe. Sofern erforderlich, befeuchten Sie ein sauberes Tuch mit Isopropylalkohol und wischen Sie die Kapillarkappe ab. Siehe Abbildung 13.

Kapillarkappe

Abbildung 13 Sprühabschirmung entfernt.

11 Setzen Sie die Kapillarkappe wieder auf die Kapillare.

12 Installieren Sie die neue Sprühabschirmung mit Feldformungselektroden. Siehe Abbildung 14.

Abbildung 14 Multimode-Sprühabschirmung

13 Schrauben Sie die Multimode-Sprühabschirmung in den dafür vorgesehenen Halter. Siehe Abbildung 15

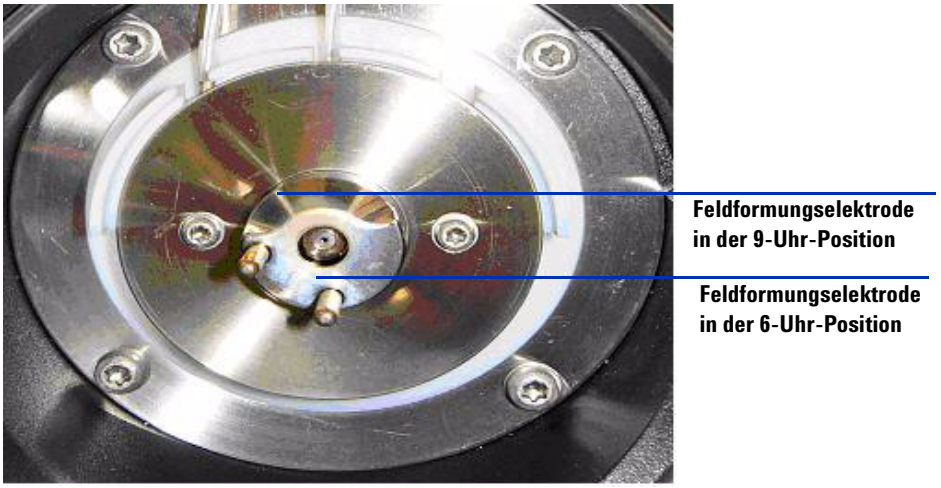


Abbildung 15 Multimode-Sprühabschirmung installiert

HINWEIS

Die Feldformungselektroden sollten sich in der 9-Uhr- und 6-Uhr-Position befinden. Lösen Sie zum Einstellen der Position der Feldformungselektroden die Schrauben auf beiden Seiten der Endplatte.

14 Entfernen Sie die Versandabdeckung von der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.

Abbildung 16 Multimode-Sprühkammer mit Versandabdeckung

15 Montieren Sie die Sprühkammer auf der Sprühkammerhalterung.

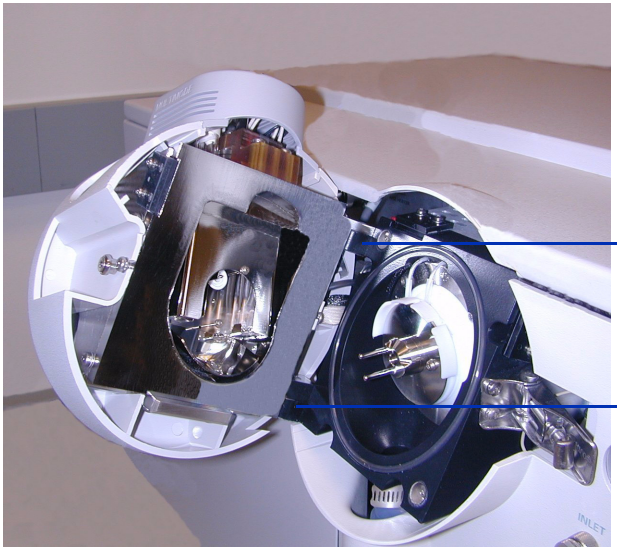


Abbildung 17 Multimode-Ionenquelle auf der Sprühkammerhalterung installiert

16 Installieren Sie den Zerstäuber auf der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.

Abbildung 18 Kein Zerstäuber auf der Multimode-Ionenquelle

17 Verbinden Sie die LC/MSD-Zentraleinheit über den 1/8-Zoll-Zerstäubergasschlauch mit dem Zerstäubergas-Fitting. Siehe Abbildung 19.

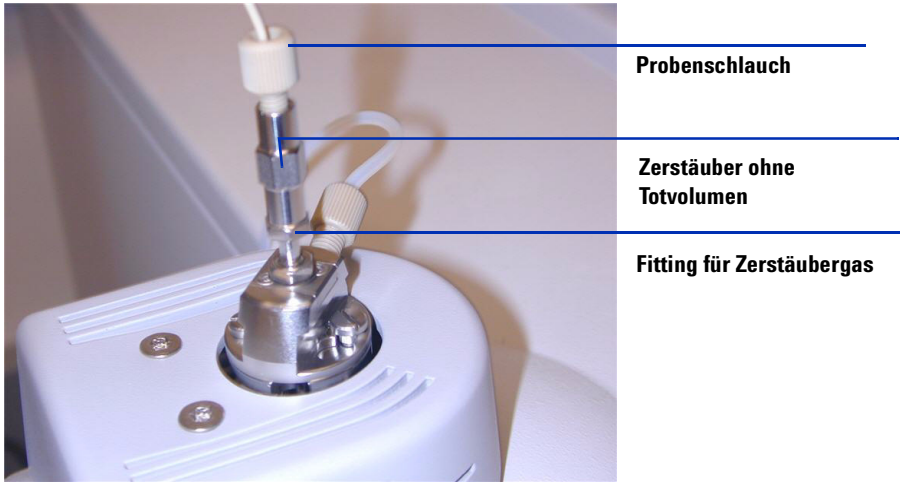


Abbildung 19 Zerstäuber mit angeschlossenem Gasschlauch

18 Schließen Sie den LC/MSD-Probenschlauch an den Einlassfilter des LC/MSD-Umschaltventils an. Siehe Abbildung 20 auf Seite 29.

WARNUNG

Das Umschaltventil des Agilent LC/MSD Flüssigchromatographen der 1100 Serie ist ein fester Bestandteil des G1978A-Sicherheitssystems. Der LC-Fluss der mobilen Phase muss immer mit dem Einlassfilter des Umschaltventils verbunden sein. Sie sollten nie das Umschaltventil umgehen und direkt an den Zerstäuber anschließen. Falls das Umschaltventil in einer Art und Weise eingesetzt wird, die von Agilent Technologies nicht angegeben wurde, kann der durch das Umschaltventil gebotene Schutz beeinträchtigt werden.

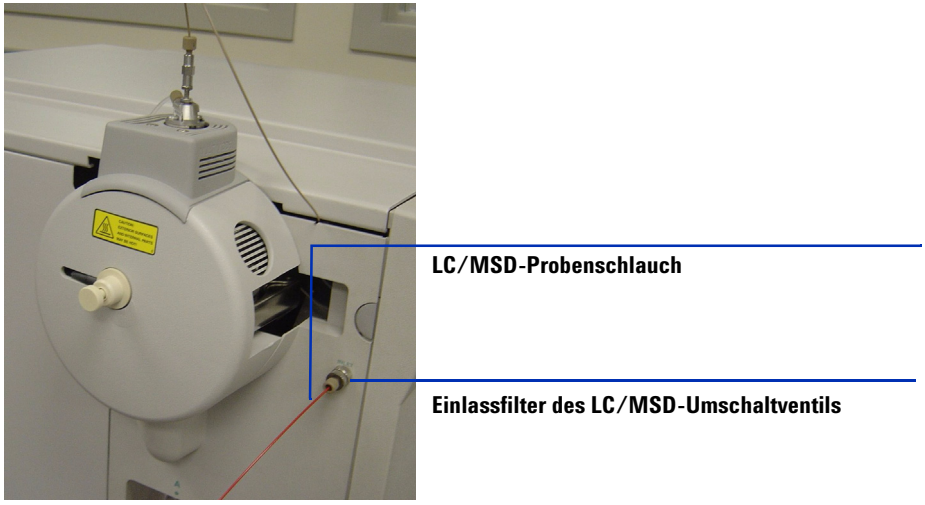


Abbildung 20 LC/MSD-Probenschlauch mit dem LC/MSD-Einlassfilter verbunden

19 Führen Sie die unter „So installieren Sie die HV-Steuerungs-PCA“ auf Seite 30 beschriebenen Schritte aus, wenn Sie die Multimode-Ionenquelle zum ersten Mal installieren.

20 Führen Sie die unter „So verbinden Sie Multimode-Ionenquellenkabel“ auf Seite 34 beschriebenen Schritte aus.

21 Kehren Sie zum Abschnitt „Schritt 6. Software mit dem G1978-10002-Patch aktualisieren“ auf Seite 16 zurück, wenn Sie die Multimode-Ionenquelle zum ersten Mal installieren.

So installieren Sie die HV-Steuerungs-PCA

1 Entfernen Sie die Abdeckung von der Quellen-HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung. Siehe Abbildung 21.

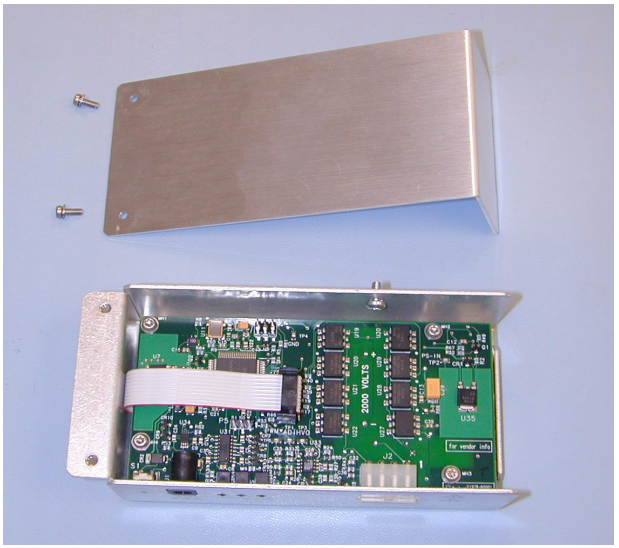


Abbildung 21 Von der Quellen-HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung entfernte Abdeckung

2 Schließen Sie das RS-232-Kabel an den RS-232-Anschluss für die HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung an. Siehe Abbildung 22.

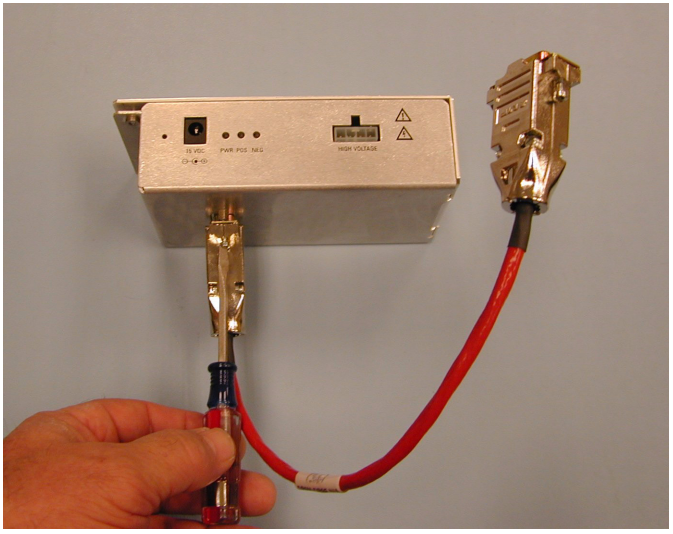


Abbildung 22 Anschließen des RS-232-Kabels

3 Entfernen Sie die vordere und obere Abdeckung des Geräts, die Sicherheitsabdeckung mit Magnet sowie die Seitenwand.

4 Entfernen Sie die Plastik-Kabelklemme vom Kabel der Desolvatisierungsheizung. Siehe Abbildung 23.

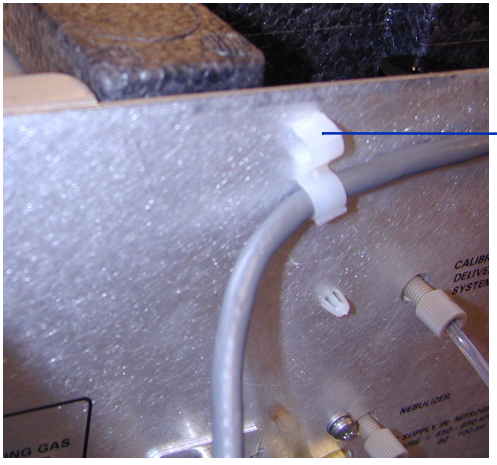


Abbildung 23 Entfernung der Kabelklemme

5 Verlegen Sie das Kabel unterhalb der Gasleitung des Kalibriersystems. Siehe Abbildung 24.

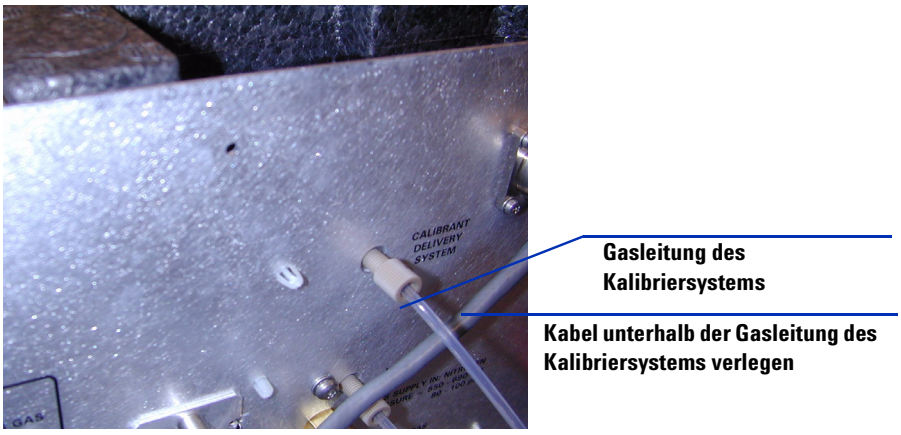

CALIBRANT DELIVERY SYSTEM
Gasleitung des Kalibriersystems
Kabel unterhalb der Gasleitung des Kalibriersystems verlegen

Abbildung 24 Gasleitung des Kalibriersystems

6 Bringen Sie die HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung mithilfe der mitgelieferten Blechschraube an der Wanne an. Siehe Abbildung 25.

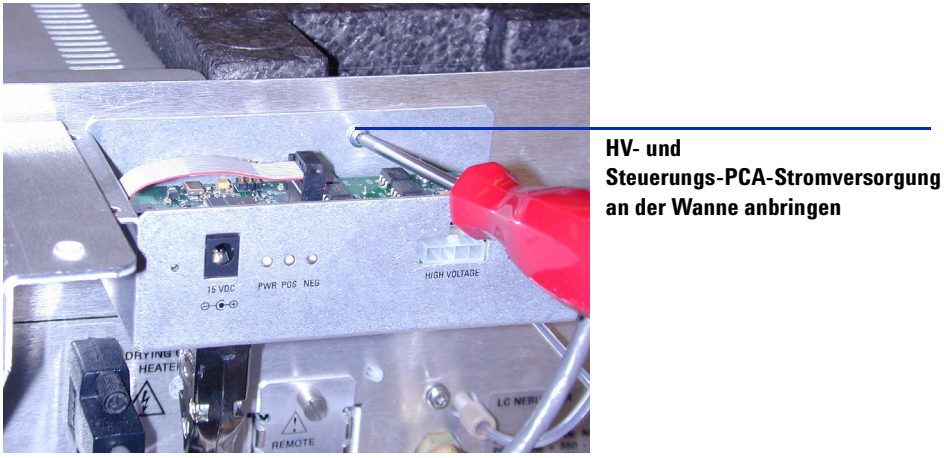


Abbildung 25 HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung anbringen

7 Verwenden Sie die mitgelieferten Schrauben, um die obere Abdeckung der HV- und Steuerungs-PCA-Stromversorgung an der Stützhalterung zu befestigen. Siehe Abbildung 26.

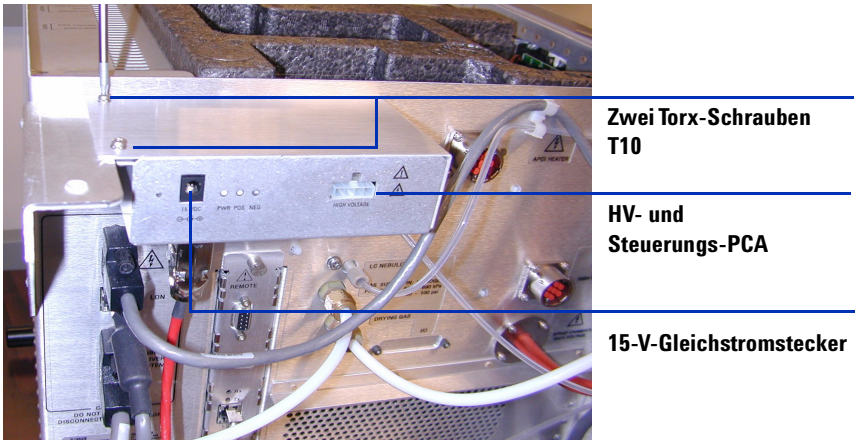


Abbildung 26 Befestigen an den Stützhalterungen

8 Wenn Sie die HV-Steuerungs-PCA im Rahmen eines Wechsels zur Multimode-Ionenquelle installieren, kehren Sie zum Abschnitt **„So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle“** auf Seite 23 zurück.

So verbinden Sie Multimode-Ionenquellenkabel

1 Verbinden Sie das RS-232-Kabel mit dem Serial B-Anschluss der Smart Card 3-Interface, die sich auf der linken Seite des Gerätegehäuses befindet. Siehe Abbildung 27.

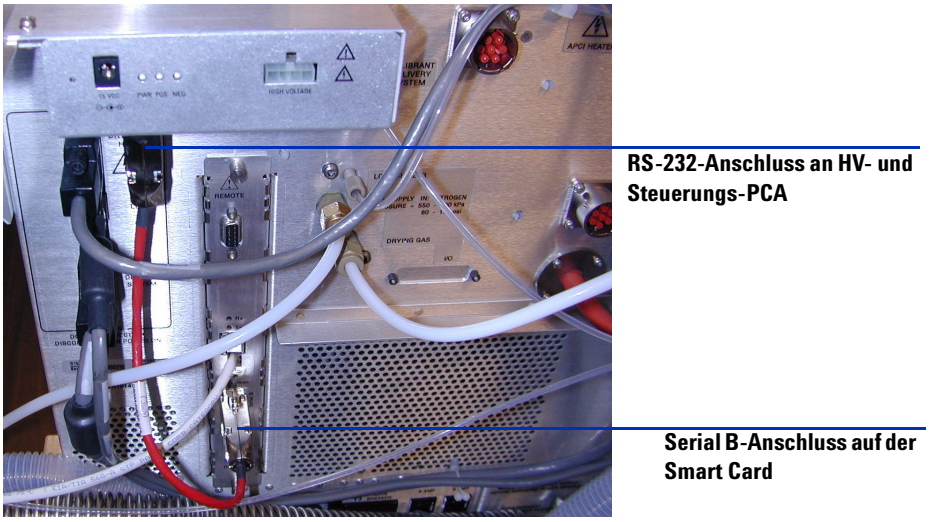


Abbildung 27 RS-232-Kabelanschlüsse

2 Schließen Sie das 15-V-Gleichstromnetzteil an die HV- und Steuerungs-PCA an. Siehe Abbildung 28.

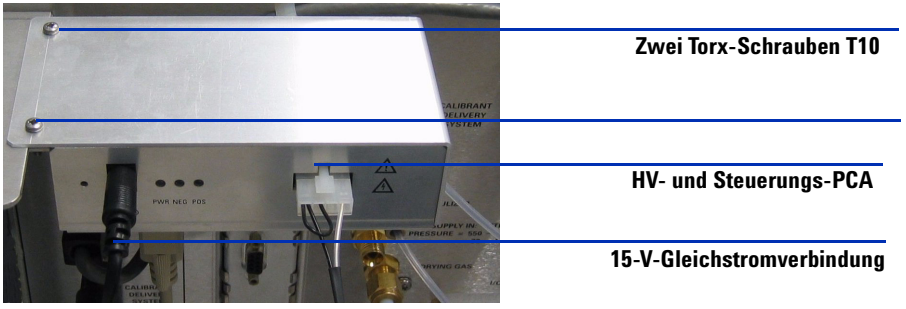


Abbildung 28 HV- und Steuerungs-PCA

3 Verbinden Sie mithilfe des mitgelieferten Netzkabels das andere Ende des 15-V-Gleichstromnetzteils mit einer 110-V-Steckdose. Siehe Abbildung 29.

Abbildung 29 Netzkabel und 15-V-Gleichstromversorgung

4 Verwenden Sie einen Kabelbinder, um das Ausgangskabel der 15-V-Stromversorgung (Best.-Nr. 0950-4581) mit dem RS-232-Kabel der Multimode-HV-Moduleinheit (Best.-Nr. G1978-60050) zusammenzubinden. Siehe Abbildung 30.

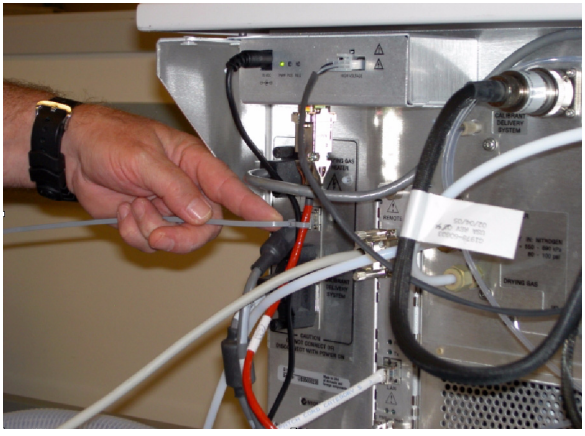


Abbildung 30 Mithilfe eines Kabelbinders wird das Netzkabel an das RS-232-Kabel gebunden.

5 Schließen Sie die Verdampfer-, APCI-Hochspannungs- und HV- und Steuerungs-PCA-Kabel an. Der APCI-Heizungs-, der APCI-Hochspannungs- und der HV- und Steuerungs-PCA-Anschluss befinden sich auf der linken Seite des Gerätegehäuses. Siehe Abbildung 31.

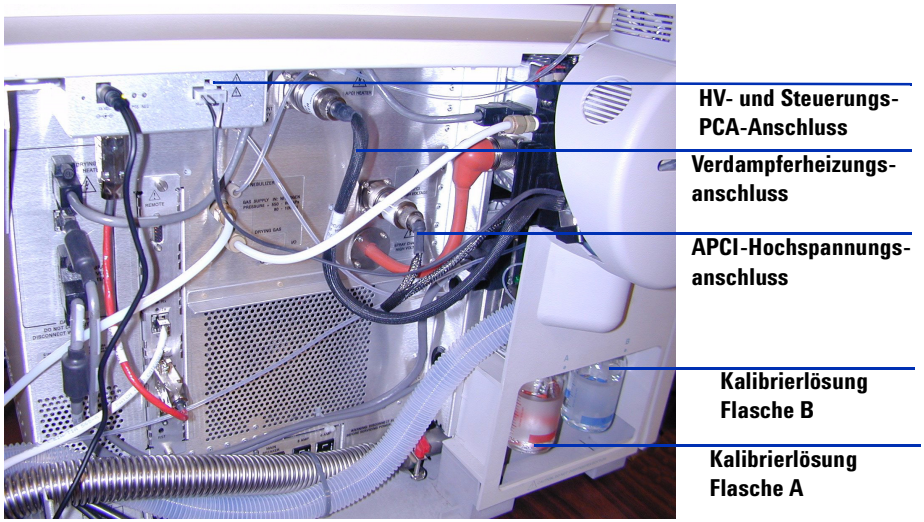


Abbildung 31 Kabelverbindungen der Multimode-Ionenquelle

6 Stellen Sie sicher, dass die Multimode-Ionenquellen-Flasche A des Kalibriersystems über eine ausreichende Menge an APCI/APPI-Kalibrierlösung verfügt (100 mL) (G2432A). Siehe Abbildung 31.

7 Stellen Sie sicher, dass die Multimode-Ionenquellen-Flasche B des Kalibriersystems über eine ausreichende Menge an ES-Kalibrierlösung verfügt (100 mL) (G2421A). Siehe Abbildung 31.

8 Schließen Sie die Service-Tür und stellen Sie sicher, dass alle Abdeckungen angebracht sind. Siehe Abbildung 32.

9 Kehren Sie zum Abschnitt „So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle“ auf Seite 23 **zurück.**

Abbildung 32 Multimode-Ionenquelle mit angebrachten Abdeckungen

So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle

Führen Sie die folgenden Schritte aus, um die Multimode-Ionenquelle zu entfernen.

1 Die Quellentemperaturen für die Verdampfer- und Trockengasheizungen müssen auf ein Minimum eingestellt werden, damit die Quelle abgekühlt wird. Verwenden Sie den Menübefehl **Tune > Instrument > Edit Spray Chamber** (Tuning, Gerät, Sprühkammer bearbeiten), um das Dialogfeld „Edit Spray Chamber“ (Sprühkammer bearbeiten) aufzurufen. Stellen Sie den Trockengasfluss, den Zerstäubergasfluss, die Trockengastemperatur und die Verdampfertemperatur auf die Mindestwerte ein.

WARNUNG **Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.**

WARNUNG **Fassen Sie nie die Quellenoberflächen an, vor allem dann, wenn Sie Giftstoffe analysieren oder toxische Lösungsmittel verwenden. Die Quelle weist mehrere spitze Teile auf, die sich in Ihre Haut bohren können. Dazu gehören die APCI-Corona-Nadel, der Verdampfersensor und die Stromelektrode des Zählers.**

WARNUNG **Führen Sie weder Ihre Finger noch Werkzeuge durch die Öffnungen der Multimode-Kammer. Bei Verwendung weisen die Kapillaren und die Kapillarkappe Hochspannungen bis zu 4 kV auf.**

2 Warten Sie ungefähr 20 Minuten, bis die Quelle abgekühlt ist.

3 Öffnen Sie die Service-Tür auf der linken Seite des MSD, um Zugang zu den Kabeln zu erhalten. Siehe Abbildung 33.

Öffnen Sie die Service-Tür, um Zugang zu den Kabeln zu erhalten.

Abbildung 33 Gerät mit installierter Multimode-Ionenquelle

4 Ziehen Sie das ESI-Ladungselektroden-Hochspannungskabel ab. Siehe Abbildung 34.

5 Ziehen Sie das APCI-Heizungskabel (Verdampfer) und das APCI-Hochspannungskabel ab. Siehe Abbildung 34.

6 Trennen Sie die 15-V-Gleichstromverbindung vom Multimode-Elektronikmodul. Siehe Abbildung 34.

HINWEIS Wenn Sie die Stromversorgung nicht vom Multimode-Elektronikmodul trennen, wird die neue Quelle als eine unbekannte Quelle identifiziert.

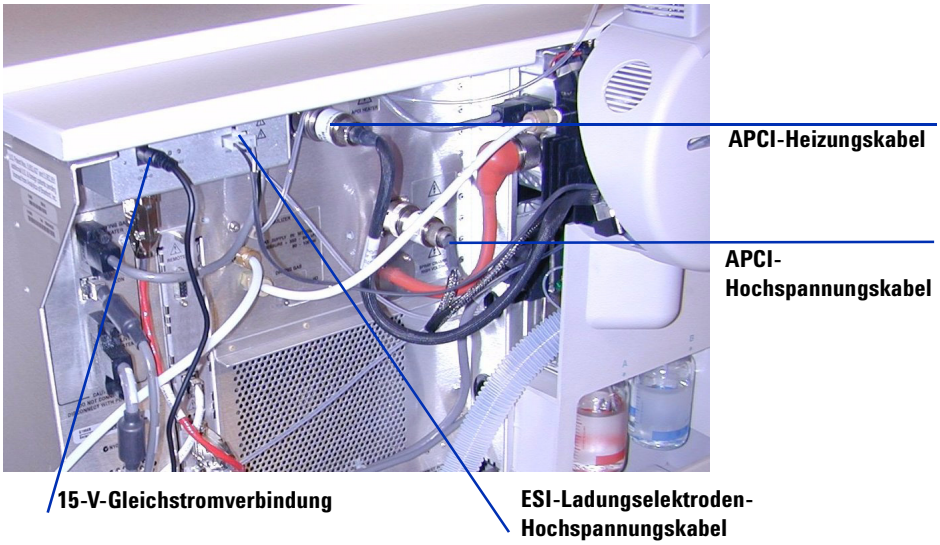


Abbildung 34 Gerät mit offener Service-Tür

7 Schrauben Sie die Zerstäubergasleitung vom Zerstäuber ab.

8 Schrauben Sie den LC-Probenschlauch vom Zerstäuber ab.

9 Öffnen Sie den Riegel auf der Quelle und öffnen Sie die Quelle.

10 Entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle aus der Sprühkammerhalterung.

11 Legen Sie die Versandabdeckung auf die Quelle.

12 Fahren Sie mit dem Abschnitt „So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI“ auf Seite 41 fort, wenn Sie von einer Multimode-Ionenquelle umgerüstet haben.

13 Wenn Sie die Multimode-Ionenquelle gereinigt haben, fahren Sie mit dem Abschnitt „Wöchentliche Reinigung der Multimode-Ionenquelle“ im *Wartungshandbuch* **fort.**

So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI

WARNUNG **Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.**

WARNUNG **Fassen Sie nie die Quellenoberflächen an, vor allem dann, wenn Sie Giftstoffe analysieren oder toxische Lösungsmittel verwenden. Die Quelle weist mehrere spitze Teile auf, die sich in Ihre Haut bohren können. Dazu gehören die APCI-Corona-Nadel, der Verdampfersensor und die Stromelektrode des Zählers.**

1 Führen Sie die unter „So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle“ auf Seite 38 beschriebenen Schritte aus.

2 Wenn es sich bei der zu installierenden Quelle um eine APPI-Quelle handelt, ziehen Sie das Multimode-Hochspannungs-PCA-RS-232-Kabel vom seriellen Anschluss B der Smart Card ab.

3 Schrauben Sie die Multimode-Sprühabschirmung mit den Feldformungselektroden ab und entfernen Sie sie.

4 Installieren Sie die neue Quelle und die Standardsprühabschirmung. Vergewissern Sie sich dabei, dass sich das Loch in der Sprühabschirmung in der 12-Uhr-Position befindet.

5 Schließen Sie bei der APCI- und APPI-Ionenquelle das Verdampferheizungskabel und das APCI-Hochspannungskabel an. Schließen Sie bei der APPI-Quelle das RS-232-Kabel an den seriellen Anschluss B der Smart Card an.

6 Schließen Sie bei allen Quellen den Gasleitungsschlauch des Zerstäubers und den LC/MSD-Probenschlauch an.

2
Verifizierung

So ermitteln Sie die korrekte Lösungsmittelmischung zum Verifizieren der Leistung 46
So bereiten Sie Proben für die Leistungsbewertung vor 47
So überprüfen Sie den Betrieb der Multimode-Ionenquelle 53
So führen Sie ein automatisches Tuning durch 58
Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts 60

In diesem Kapitel werden die Aufgaben erläutert, die Sie zum Verifizieren Ihrer Multimode-Ionenquelle und zum Sicherstellen des ordnungsgemäßen Betriebs Ihrer Quelle ausführen müssen.

So ermitteln Sie die korrekte Lösungsmittelmischung zum Verifizieren der Leistung

Lösungsmittelverdünnungen sind für alle unterstützten Geräte mit Multimode-Ionenquelle angegeben. Das Verifizieren der Reserpinleistung sollte nur für gebündelte G1956A- und G1956B-Geräte durchgeführt werden, die eine Multimode-Ionenquelle im Lieferumfang enthalten.

Verwenden Sie die folgenden Informationen, um die korrekte Lösungsmittelmischung für Ihr Gerätemodell zu ermitteln.

G1956A oder G1946C LC/MSD VL

Alle folgenden organischen Lösungsmittel können verwendet werden: Methanol, Isopropanol oder Acetonitril.

- 50:50 organisches Lösungsmittel/Wasser

G1956B oder G1946B/D LC/MSD SL

- 75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat.

  Fügen Sie zum Herstellen der 5mM-Ammoniumformiatlösung 0,315 g Ammoniumformiat zu 1 Liter mobile Phase aus 75:25 Methanol/Wasser. Verwenden Sie Ammoniumformiat mit einem Reinheitsgrad von mindestens 97 %.

Für das VL- und das SL-Modell der LC/MSD

- Bis zu 0,2 % Essigsäure oder 0,1 % Ameisensäure können zwecks Verifizierung von positiven Ionen hinzugefügt werden. Dies ist in der Regel nicht erforderlich, kann aber vorteilhaft bei der Bewältigung von Ionenunterdrückung sein, die durch Hintergrundverunreinigungen in der mobilen Phase entstehen.
- Verwenden Sie mindestens HPLC-Grade-Lösungsmittel. Lösungsmittel, die für die meisten LC-Applikationen annehmbar sind, enthalten möglicherweise viele Hintergrundverunreinigungen, die von der empfindlicheren LC/MSD erkannt werden. Stellen Sie sicher, dass die mit der LC/MSD verwendeten LC-Lösungsmittel sowohl für HPLC- als auch für Pestizid-, Umwelt- und GC/MS-Analysen zugelassen sind. Verwenden Sie nur Lösungsmittel mit der höchstmöglichen Reinheit. Die Eignung von Lösungsmitteln muss empirisch ermittelt werden.

So bereiten Sie Proben für die Leistungsbewertung vor

HINWEIS Diese Verifizierungsmethode darf nur bei Geräten verwendet werden, die mit einer Multimode-Ionenquelle geliefert werden.

Bevor Sie beginnen, stellen Sie sicher, dass Sie über Folgendes verfügen:

- 1-mL-Messpipette, Best.-Nr. 9301-1423
- 50-mL-Messkolben (2 St.), Best.-Nr. 9301-1424
- 100-mL-Messkolben, Best.-Nr. 9301-1344
- Proben zur Bewertung der positiven Ionenleistung , Best.-Nr. G2423A (für beide Interfaces)
- Plastikflaschen zum Aufbewahren von Verdünnungslösungen, Best.-Nr. 9301-1433

Das oben aufgeführte Zubehör ist im Lieferumfang eines gebündelten Geräts enthalten.

Die mitgelieferten Leistungsbewertungsproben müssen auf Konzentrationen verdünnt werden, die für den LC/MSD-Systemtest erforderlich sind. Weitere Informationen finden Sie im Abschnitt “So ermitteln Sie die korrekte Lösungsmittelmischung zum Verifizieren der Leistung”.

HINWEIS Verwenden Sie die verdünnten Proben innerhalb von 24 Stunden nach der Verdünnung. Bewahren Sie die erste Verdünnungslösung in den mitgelieferten Flaschen auf und stellen Sie diese in den Kühlschrank.

Tipps

- Spülen Sie die Messpipetten und Messkolben vor, bei und nach deren Verwendung gründlich mit entionisiertem Wasser aus.

- Verwenden Sie Laborgeräte aus Polypropylen für das Vorbereiten von Leistungsbewertungsproben, da bei Glasgefäßen inakzeptable Mengen an Natrium in die Probe gelangen. Spülen Sie die Probenflaschen und Verschlusskappen des automatischen Probengebers mit der Lösungsmittelmischung aus, die für die Probenverdünnung verwendet wird, bevor Sie sie mit den Leistungsverifizierungsproben füllen. Dadurch werden die durch die Probenflaschen und Verschlusskappen entstehenden Hintergrundverunreinigungen minimiert. Die Probenflaschen können ohne Verschluss im Analysenlauf verwendet werden, wenn festgestellt wird, dass die Septa eine Quelle für Hintergrundverunreinigungen sind.

Tabelle 1 G1956A VL Leistungszusammenfassung, SIM-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus	**MM-APCI Positiver SIM-Modus**
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	2 pg/µL	2 pg/µL
Injektionsvolumen	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	10 pg	10 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	50:50 organisch/Wasser	50:50 organisch/Wasser
Methodenname	56VLSMES_MM.M	56VLSMCI_MM.M
Leistungsspezifikationen	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tabelle 2 G1956B SL Leistungszusammenfassung, SIM-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus	**MM-APCI Positiver SIM-Modus**
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	1 pg/µL	1 pg/µL

Tabelle 2 G1956B SL Leistungszusammenfassung, SIM-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus	**MM-APCI Positiver SIM-Modus**
Injektionsvolumen	1 µL	1 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	1 pg	1 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat
Methodenname	56SLSMES_MM.M	56SLSMCI_MM.M
Leistungsspezifikationen	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tabelle 3 G1956B SL Leistungszusammenfassung, SCAN-Modus

	MM-ES Positiver SCAN-Modus	**MM-APCI Positiver SCAN-Modus**
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	10 pg/µL	10 pg/µL
Injektionsvolumen	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	50 pg	50 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat
Methodenname	56SLSCES_MM.M	56SLSCCI_MM.M
Leistungsspezifikationen	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tabelle 4 G1946C Leistungszusammenfassung SIM-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus	**MM-APCI Positiver SIM-Modus**
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	2 pg/µL	2 pg/µL
Injektionsvolumen	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	10 pg	10 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	50:50 organisch/Wasser	50:50 organisch/Wasser
Methodenname	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Leistungsspezifikationen	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms

Tabelle 5 G1946D SL Leistungszusammenfassung, SIM- und SCAN-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus, Bewertung	**MM-APCI Positiver SIM-Modus, Bewertung**	**MM-ES Positiver SCAN-Modus**	**MM-APCI Positiver SCAN-Modus**
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	1 pg/µL	1 pg/µL	10 pg/µL	10 pg/µL
Injektionsvolumen	1 µL	1 µL	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	1 pg	1 pg	50 pg	50 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A	G2423A	G2423A

Tabelle 5 G1946D SL Leistungszusammenfassung, SIM- und SCAN-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus, Bewertung	MM-APCI Positiver SIM-Modus, Bewertung	MM-ES Positiver SCAN-Modus	MM-APCI Positiver SCAN-Modus
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat
Methodenname	SLSIMES_MM.M	SLSIMCI_MM.M	SLSCNES_MM.M	SLSCNCI_MM.M
Leistungs-spezifikationen	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms

Tabelle 6 G1946B Leistungszusammenfassung, SIM-Modus

	MM-ES Positiver SIM-Modus	MM-APCI Positiver SIM-Modus
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	2 pg/µL	2 pg/µL
Injektionsvolumen	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	10 pg	10 pg
Proben-Best.-Nr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	50:50 organisch/Wasser	50:50 organisch/Wasser
Methodenname	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Leistungsspezifikationen	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms

G1946B/C Multimode-Ionenquelle, Verdünnungen für positiven SIM-Modus

1 Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

2 Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit organischem Lösungsmittel/Wasser im Verhältnis 50:50.

3 Geben Sie 1 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen zweiten 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

4 Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit organischem Lösungsmittel/Wasser im Verhältnis 50:50. Dies ergibt die 2-pg/µL-Reserpinkonzentration, die für die Bewertung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche zur Verwendung im automatischen LC-Probengeber.

G1956B oder G1946D SL Multimode-Ionenquelle, Verdünnungen für positiven SIM-Modus

1 Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

2 Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.

3 Geben Sie 1 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen 100-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

4 Verdünnen Sie bis zur 100-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat. Dies ergibt die 1-pg/µL-Reserpinkonzentration, die für die Bewertung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche für den automatischen Probengeber.

G1956B oder G1946D SL Multimode-Ionenquelle, Verdünnungen für positiven Scan-Modus

1 Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

2 Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.

3 Geben Sie 5 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.

4 Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat. Dies ergibt die 10-pg/µL-Reserpinkonzentration, die für die Bewertung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche für den automatischen Probengeber.

So überprüfen Sie den Betrieb der Multimode-Ionenquelle

Verwenden Sie die nachfolgenden Methoden, um die Leistung des LC/MSD-Systems für die mit dem System erworbene Multimode-Ionenquelle zu überprüfen. Die Leistungsverifizierungsmethoden setzen einen Agilent 1100 LC mit automatischem Probengeber voraus.

HINWEIS Stellen Sie sicher, dass Sie die benutzerdefinierten Tuning-Parameter eingegeben haben. Anderenfalls können Sie den LC/MSD möglicherweise nicht tunen.

- G1956A Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver SIM
- G1956B Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver Scan
- G1956B Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver SIM
- G1956B LC/MSD SL-Modell G1978A-Interface im Mischmodus-Betrieb
- Multiple FIA-Modell G1978A-Interface im Mischmodus-Betrieb

Laden von Methoden für G1956A Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver SIM

1. Laden Sie die Methode **56VLSMES_MM.M** für den G1956A.
2. Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass organisches Lösungsmittel/Wasser im Verhältnis 50:50 als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist. Alle anderen LC-Parameter entsprechen den **56VLSMES_MM.M**-Methodenparametern.
3. Führen Sie ein automatisches Tuning mit der Kalibrierlösung für die APCI Multimode-Ionenquelle durch.

HINWEIS Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus der MSD gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

HINWEIS Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

4. Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
   - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss

- Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
- Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe (2 pg/µL)

5 Führen Sie die Methode aus.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

6 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Dadurch wird der Betrieb der Multimode-Ionenquelle überprüft. Die fünf Probe-Peaks sind in der EIC sichtbar.

Laden der Methode für G1956B Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver Scan

1 Laden Sie die Methode **56SLSCES_MM.M** für den G1956B.

2 Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat verwendet wird. Alle anderen LC-Parameter entsprechen den **56SLSCES_MM.M**-Methodenparametern.

3 Führen Sie ein automatisches Tuning durch.

HINWEIS Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus der MSD gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

HINWEIS Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

4 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.

- Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
- Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
- Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe (10 pg/µL)

5 Führen Sie die Methode aus.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

6 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Dadurch wird der Betrieb der Multimode-Ionenquelle überprüft. Die fünf Probe-Peaks sind in der EIC sichtbar.

Laden der Methoden für G1956B Multimode-Ionenquellen-Interface, Positiver SIM

1 Laden Sie die Methode **56SLSM_MM.M** für den G1956B.

2 Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.

Alle anderen LC-Parameter entsprechen den **56SLSMES_MM.M**-Methodenparametern.

3 Führen Sie ein automatisches Tuning durch.

HINWEIS Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus der MSD gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

HINWEIS Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

4 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.

- Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
- Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
- Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe (1 pg/µL)

5 Führen Sie die Methode aus.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

6 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Dadurch wird der Betrieb der Multimode-Ionenquelle überprüft. Die fünf Probe-Peaks sind in der EIC sichtbar.

Laden der Multiple FIA-Methode für G1978A-Interface im Mischmodus-Betrieb

1 Führen Sie bei Bedarf ein automatisches Tuning durch.

HINWEIS Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus der MSD gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

HINWEIS Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

2 Laden Sie die Methode **MMCheckSL_ES.M**.

3 Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 65:35 mit 0,2 % Essigsäure als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist. Klicken Sie auf „Save“ (Speichern), um die Methode zu speichern. Wiederholen Sie den Vorgang für **MMCheckSL_CI.M** und **MMCheckSL_MX.M**.

HINWEIS Wenn es sich bei dem Gerät um ein VL-Modell handelt, ersetzen Sie die Methoden in den Schritten 1 bis 5 durch **MMCheckVL_ES.M**, **MMCheckVL_CI.M** und **MMCheckVL_MX.M**.

4 Stellen Sie die Probenflasche in den automatischen LC-Probengeber.

Position 21: Probenflasche mit der ESI + APCI LC Demo-Probe (Best.-Nr. G1978-85000)

5 Richten Sie eine Multiple FIA-Methodensequenz ein.

a Wählen Sie den Menübefehl **RunControl >Run Multiple FIA Methods...** (Analysenlaufsteuerung, Multiple FIA-Methoden ausführen).

b Verwenden Sie im Dialogfeld „Run Multiple FIA Methods“ (Multiple FIA-Methoden ausführen) den Menübefehl **Group > Add Group** (Gruppe, Gruppe hinzufügen). Geben Sie einen eindeutigen Namen für das Verzeichnis ein, in dem die Datendateien gespeichert werden sollen.

c Verwenden Sie im Dialogfeld „Run Multiple FIA Methods“ (Multiple FIA-Methoden ausführen) den Menübefehl **Methods > Add Method** (Methoden, Methode hinzufügen). Wählen Sie **MMCheckSL_ES.M** und verwenden Sie die Schaltfläche **OK**.

d Wiederholen Sie den Vorgang, um **MMCheckSL_CI.M** hinzuzufügen.

e Wiederholen Sie den Vorgang, um **MMCheckSL_MX.M** hinzuzufügen.

f Klicken Sie auf das Feld **Data File** (Datendatei) der Datendatei **MMCheckSL_ES.M**.

- Geben Sie in das Feld **Subdirectory** (Unterverzeichnis) den eindeutigen Namen eines Unterverzeichnisses ein, in dem die Datendateien gespeichert werden sollen.
- Geben Sie im Feld **Data File** (Datendatei) den Wert **Multi_ES** ein.
- Geben Sie in das Feld **Operator** (Bediener) den Namen oder die Kennung des Benutzers ein.
- Klicken Sie auf **OK**.

g Wiederholen Sie den Vorgang für die **MMCheckSL_CI.M**-Datendatei. Verwenden Sie dabei dasselbe Unterverzeichnis wie oben und geben Sie **Multi_CI** als Datendateiname an.

h Wiederholen Sie den Vorgang für die **MMCheckSL_MX.M**-Datendatei. Verwenden Sie dabei dasselbe Unterverzeichnis wie oben und geben Sie **Multi_MX** als Datendateiname an.

i Klicken Sie auf **Run** (Analysenlauf), um die Sequenz zu starten.

6 Überprüfen Sie die Ergebnisse. Nach Abschluss der letzten Methode wird der Bericht „Multimode Verification Report“ (Multimode-Verifizierungsbericht) ausgegeben, wie in „Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts“ auf Seite 60 dargestellt.

So führen Sie ein automatisches Tuning durch

Das Tuning der Multimode-Ionenquelle erfolgt ausschließlich im MM-APCI-Modus. Das automatische Tuning wird vom selben Menü wie bei allen Quellen ausgeführt.

- Wählen Sie in der Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) den Menübefehl **Instrument > Autotune** (Gerät, Automatisches Tuning) aus.

Der Tuning-Bericht enthält eine Kopfzeile mit dem Titel **MM-APCI Positive Mode - Standard Scan** (MM-APCI Positiver Modus - Standard-Scan) oder **MM-APCI Negative Mode - Standard Scan** (MM-APCI Negativer Modus - Standard-Scan). Sie können nach Abschluss des automatischen Tunings den Vorgang zum Überprüfen des automatischen Tunings ausführen, um sicherzustellen, dass das Gerät die Tuning-Kriterien erfüllt. Führen Sie das automatische Tuning erst durch, nachdem das System zum Äquilibrieren des Vakuums und der Temperaturen mindestens 8 Stunden Zeit gehabt hat.

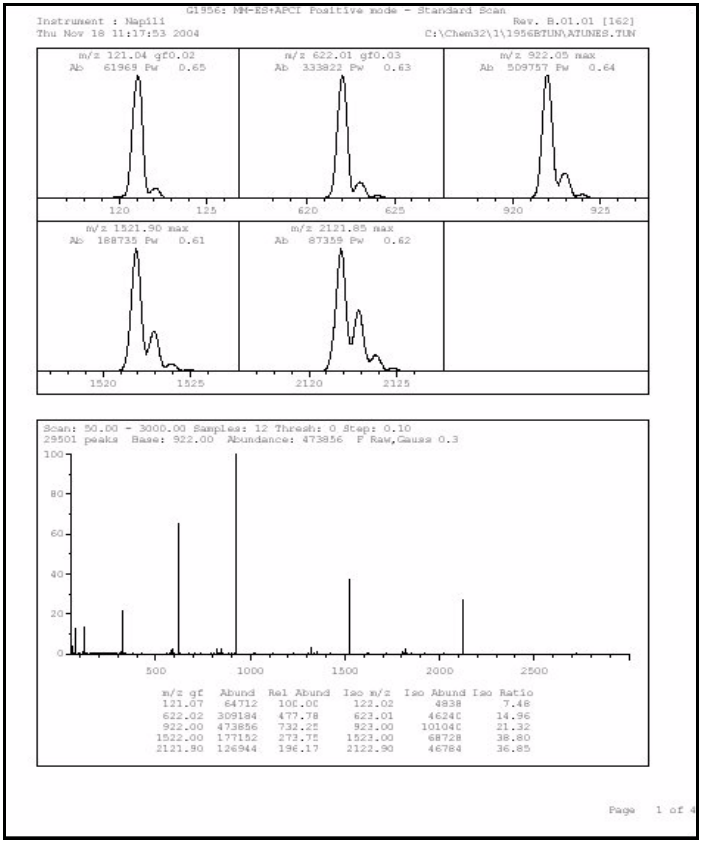


Abbildung 35 Autotuning-Bericht

Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts

Multimode Ion Source Report

MSD type: G1956B Instrument name: Instrumen Operator name: pcormia

Acquisition date: 23-Feb-2005
Datafiles:
ESI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_ES.d
APCI mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_CI.d
Mixed mode : C:\Chem32\1\DATA\MMSTD_223\Multi_MX.d

ESI Compound Results

Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal Violet	372.2	Positive	832925	541200	64.9 %	Pass
1-Hexanesulfonic acid	165.1	Negative	220506	181617	82.3 %	Pass

APCI Compound Results

Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive	623026	225911	36.2 %	Pass
9-Phenanthrol	193.1	Negative	451189	254201	56.3 %	Pass

Passing criteria: Mixed mode response 20% or greater of single-mode response.

3
Methoden

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 64

So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus 66

So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb 68

In diesem Kapitel werden die Aufgaben beschrieben, die zum Einrichten von Methoden für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle erforderlich sind.

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein

Führen Sie die folgenden Schritte aus, wenn Ihre Methode eine Multimode-Ionenquelle verwenden soll:

1. Öffnen Sie das Dialogfeld „MSD Spray Chamber“ (MSD-Sprühkammer), indem Sie auf **Instrument > MSD Spray Chamber** (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
2. Setzen Sie **Method Spray Chamber** (Methoden-Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI**.
3. Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.
4. Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
5. Klicken Sie auf **OK**.
6. Öffnen Sie das Dialogfeld „Set up MSD Signals“ (MSD-Signale einrichten), indem Sie auf **Instrument > More > Set up MSD Signals** (Gerät, Mehr, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
7. Wählen Sie den gewünschten Ionisierungsmodus aus der Liste **Ionization** (Ionisierung) aus. Diese Liste ist nur dann sichtbar, wenn „Method Spray Chamber“ (Methoden-Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI** gesetzt wurde. Sie können den Ionisierungsmodus auf einen der folgenden Werte setzen:
   - **MM-ES**
   - **MM-APCI**
   - **MM-ES+APCI**
8. Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.

9 Klicken Sie auf **OK**.

WARNUNG

Das Umschaltventil des Single Quadrupol LC/MS-Flüssigchromatographen der Serie 6100 ist ein fester Bestandteil des G1978B-Sicherheitssystems. Der LC-Fluss der mobilen Phase muss immer mit dem Einlassfilter des Umschaltventils verbunden sein. Sie sollten nie das Umschaltventil umgehen und direkt an den Zerstäuber anschließen. Falls das Umschaltventil in einer Art und Weise eingesetzt wird, die von Agilent Technologies nicht angegeben wurde, kann der durch das Umschaltventil gebotene Schutz beeinträchtigt werden, und das System kann in Brand geraten.

So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus

1. Öffnen Sie das Dialogfeld „MSD Spray Chamber“, indem Sie auf **Instrument > Set Up MSD Signals** (Gerät, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
2. Wählen Sie **MM-ES_APCI** aus der Dropdown-Liste **Method Spray Chamber** (Methoden-Sprühkammer) aus.
3. Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) ebenfalls auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.
4. Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
5. Klicken Sie auf **OK**.
6. Öffnen Sie das Dialogfeld „MSD Signals“ (MSD-Signale), indem Sie auf **Instrument > MSD Spray chamber** (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
7. Ändern Sie die Einstellungen, sodass Signal 1 eine **positive** Polarität und Signal 2 eine **negative** Polarität aufweist, wie in Abbildung 36 dargestellt.
8. Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
9. Klicken Sie auf **OK**.

Ein schneller Positiv/Negativ-Polaritätenwechsel ist sehr hilfreich, aber es erfordert Zeit, bis die Ionenchemie hergestellt ist und der optische Pfad mit Ionen nachgefüllt wird. Die Gasdichte beeinflusst die Geschwindigkeit, mit der der Ionenpfad nachgefüllt wird. Die Gasdichte wird wiederum von der Quellentemperatur beeinflusst. Verwenden Sie bei einer Methode, die eine Positiv-/Negativ-Umschaltung durchführt, eine niedrigere Verdampfertemperatur (150 bis 200 °C) und eine niedrigere Vcap (ungefähr 1000 V). Dies wirkt sich erheblich auf die Qualität der Ergebnisse in Positiv-/Negativ-Umschaltungsversuchen aus.

Polaritätsoptionen für Signal 1 und Signal 2

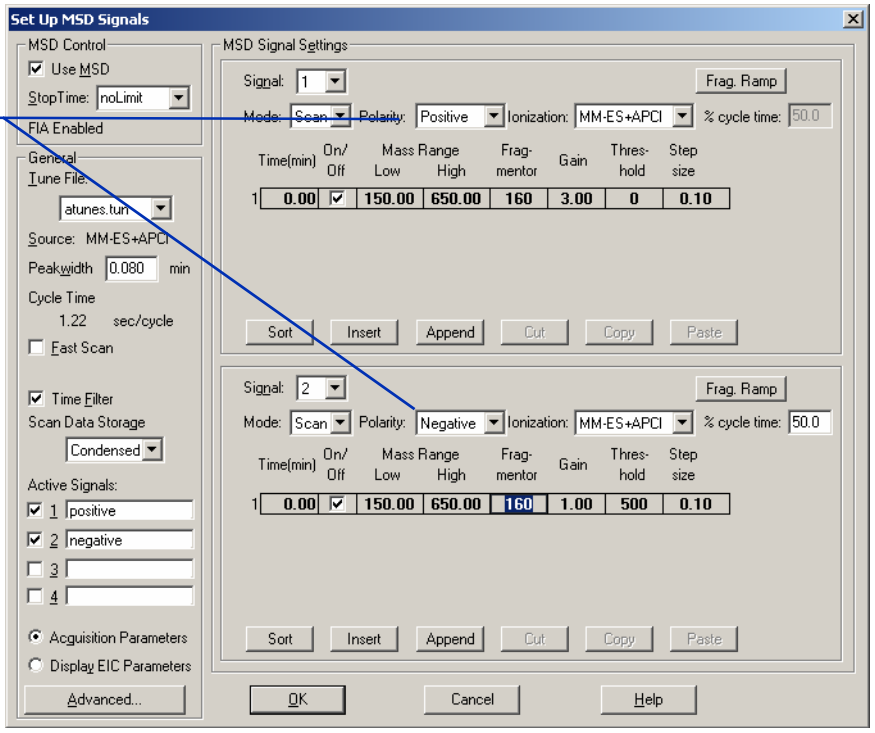


Abbildung 36 Positiv-/Negativ-Polaritätsumschaltung mithilfe des Dialogfelds „Set Up MSD Signals“ (MSD-Signale einrichten)

So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb

1 Öffnen Sie das Dialogfeld „MSD Spray Chamber“ (MSD-Sprühkammer), indem Sie auf **Instrument > MSD Spray Chamber** (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.

2 Setzen Sie **Method Spray Chamber** (Methoden-Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI**.

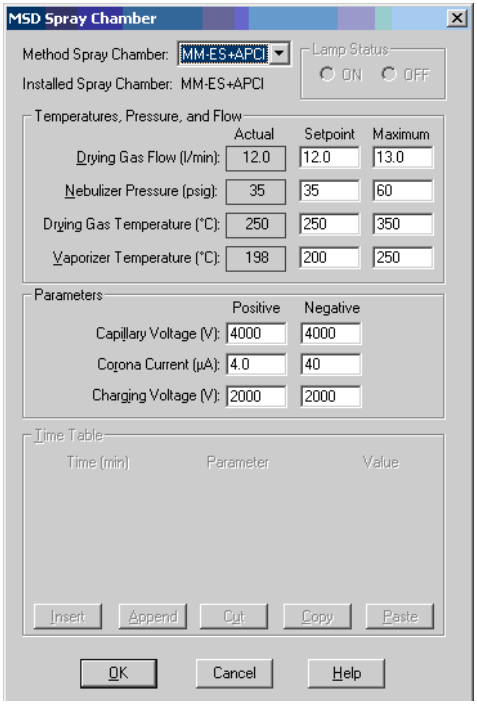


Abbildung 37 „Method Spray Chamber“ (Methoden-Sprühkammer) auf „MM-ES+APCI“ eingestellt.

3 Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) ebenfalls auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.

4 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.

5 Klicken Sie auf **OK**.

6 Öffnen Sie das Dialogfeld „Set up MSD Signals“ (MSD-Signale einrichten), indem Sie auf **Instrument > Set Up MSD Signals** (Gerät, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.

7 Ändern Sie die Einstellungen, sodass der Wert der **Ionization** (Ionisierung) von Signal 1 **MM-ES** ist und der Wert der **Ionization** (Ionisierung) für Signal 2 **MM-APCI** ist, wie in Abbildung 38 dargestellt.

8 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.

9 Klicken Sie auf **OK**.

HINWEIS

Verwenden Sie in der Regel den Mischmodusbetrieb (Einstellung „MM-ES+APCI“ mit Signal 1) statt zwischen den Modi „MM-ES“ (Signal 1) und „MM-APCI“ (Signal 2) umzuschalten. Es werden doppelt soviele Scans während der Elution eines chromatographischen Peaks erzielt und zwischen Scans ist keine Verzögerung erforderlich, was dazu führt, dass bessere Daten geliefert werden. Es ist selten erforderlich zu wissen, ob eine Substanz völlig in den ESI- oder APCI-Modi auf einer chromatographischen Zeitskala reagiert.

Ionisierungsmodus für Signal 1 und Signal 2

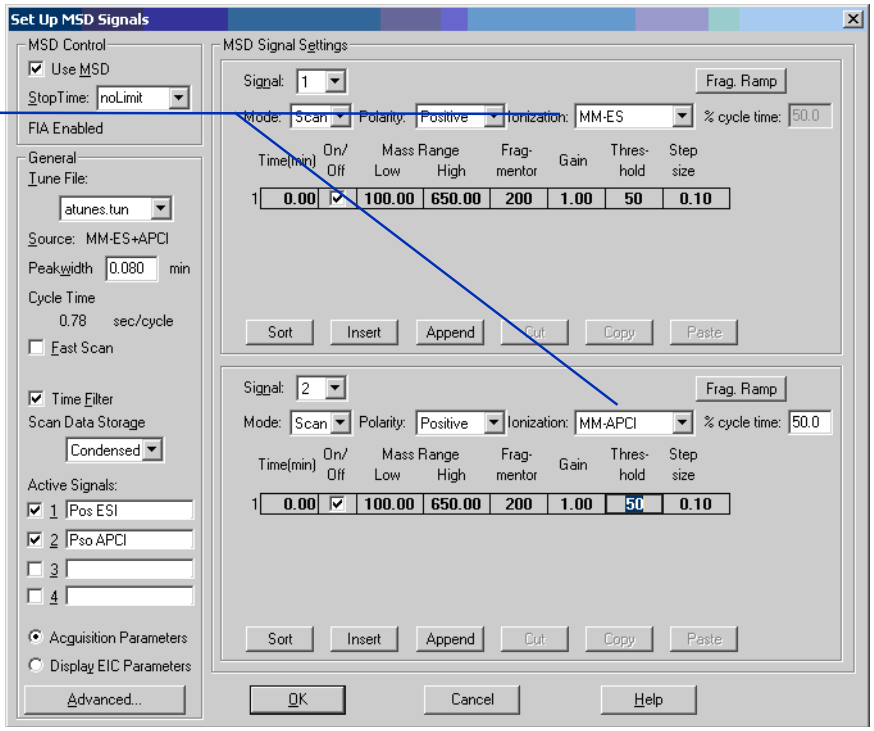


Abbildung 38 MM-ES- und MM-APCI-Umschaltung mithilfe des Dialogfelds „Set Up MSD Signals“ (MSD-Signale einrichten)

Index

A

Automatisches Tuning, 59

E

Einlassfilter des Umschaltventils, 31
ESI
  Konvertieren von, 25
  Wechseln zu, 44

I

Installation, 7
  Aktualisieren der Software mit Patch, 17
  Chips ersetzen, 12
  Leistung der Multimode-Ionenquelle überprüfen, 24
  Platinen überprüfen, 21
  Platinenversionen prüfen, 11
  Quellen wechseln, 17
  Vorbereitung, 9

L

LC/MSD-Probenschlauch, 31
Lösungsmittelmischung, 46

M

Methode
  ESI- und APCI-Wechselbetrieb, 68
  Grundlegende Einrichtung, 64
  Positiv-/Negativ-Mischmodus, 66
Multimode
  Zerstäuber, 30

P

Proben für die Leistungsbewertung vorbereiten, 47

S

Sprühabschirmung für Multimode-Ionenquelle, 27

T

Teile
  Multimode-Sprühabschirmung, 27

W

Wechseln von ESI, APCI oder APPI, 25
Wechseln zu ESI oder APCI, 44

Index

www.agilent.com

Inhalt dieses Buchs

Dieses Buch enthält Anleitungen zur Installation, Bedienung, Wartung und Fehlerbehebung der Multimode-Ionenquelle für G1946/G1956 LC/MSD.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Gedruckt in USA
Erste Ausgabe, Dezember 2008

G1978-92050

Agilent Technologies